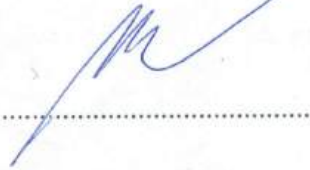


CTY TNHH MTV DƯỢC PHẨM OPC BÌNH DƯƠNG 	TIÊU CHUẨN CƠ SỞ THÀNH PHẨM	Trang : 1/5 Số : ES.F.MF17.2 (CYT) Ngày hiệu lực: 05/06/2024 Thay thế số : ES.F.MF07.4 ; ES.F.MF17.1
ETHANOL 99,5% (v/v)		

Phê duyệt:	Chữ ký	Họ tên và chức vụ	Ngày
Biên soạn		DS. Phạm Thị Minh Lệ <i>PT. Chất lượng</i>	01/06/2024
Kiểm tra		ThS. Ds. Lê Thị Châu Pha <i>GD. Kiểm tra chất lượng (OPC)</i>	03/06/2024
Phê duyệt		DS. Lê Thị Thúy Anh <i>Giám Đốc</i>	03/06/2024

Danh sách phân phối:

Phòng Kiểm Tra Chất lượng (Công ty CPDP OPC)	Bản sao 01 & 02
Bộ phận Chất lượng (OPC – Bình Dương)	Bản sao 03 & Bản gốc

CTY TNHH MTV DƯỢC PHẨM OPC BÌNH DƯƠNG 	TIÊU CHUẨN CƠ SỞ THÀNH PHẨM	Trang : 2/5 Số : ES.F.MF17.2 (CYT) Ngày hiệu lực: 05/06/2024 Thay thế số : ES.F.MF07.4 ; ES.F.MF17.1
ETHANOL 99,5% (v/v)		

1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

- 1.1. **Tính chất:** Chất lỏng không màu, trong suốt, dễ bay hơi, mùi đặc trưng, dễ cháy, khi cháy không có khói và ngọn lửa có màu xanh. Hòa lẫn với nước, cloroform, ether.
- 1.2. **Định tính:** Thể hiện các phép thử định tính của ethanol.
- 1.3. **Giới hạn acid-kiềm:** Đạt yêu cầu qui định.
- 1.4. **Độ trong và màu sắc của dung dịch:** Dung dịch trong, không màu. Dung dịch 5% chế phẩm trong nước trong, không màu.
- 1.5. **Tỷ trọng tương đối:** Từ 0,790 đến 0,793.
- 1.6. **Tạp chất bay hơi:**
 - **Methanol:** Không được quá 200 ppm (tt/tt).
 - **Benzen:** Không được quá 2 ppm (tt/tt).
 - **Tổng các tạp chất bay hơi khác:** Đạt yêu cầu qui định.
- 1.7. **Cẩn còn lại sau khi bay hơi:** Không được quá 25 ppm (kl/tt).
- 1.8. **Định lượng:** Hàm lượng Ethanol không dưới 99,5% tính theo thể tích.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

- 2.1. **Tính chất:** Thử bằng cảm quan và thực nghiệm. Độ tan thử theo DDVN V, phần “Qui định chung”, mục “Các định nghĩa về độ tan”.
- 2.2. **Định tính:**
 - A. Đun nóng 1 ml chế phẩm với 1 ml acid *acetic* băng (TT) và thêm vài giọt dung dịch *acid sulfuric* 10 % (TT), sẽ có mùi ethyl acetat.
 - B. Thêm 1 ml dung dịch *natri hydroxyd* 1 M (TT) vào 5 ml dung dịch chế phẩm 10 % (tt/tt) trong nước vào một ống nghiệm, sau đó thêm từ từ 2 ml dung dịch trong nước có chứa 2% *iod* (TT) và 4% *kali iodid* (TT) và dùng đũa thủy tinh cọ vào thành ống nghiệm. Sẽ có mùi iodoform bay lên và có tủa màu vàng xuất hiện.

CTY TNHH MTV DƯỢC PHẨM OPC BÌNH DƯƠNG 	TIÊU CHUẨN CƠ SỞ THÀNH PHẨM	Trang : 3/5 Số : ES.F.MF17.2 (CYT) Ngày hiệu lực: 05/06/2024 Thay thế số : ES.F.MF07.4 ; ES.F.MF17.1
ETHANOL 99,5% (v/v)		

2.3. Giới hạn acid-kiềm: Thêm 20 ml nước không có carbon dioxyd và 0,1 ml dung dịch phenolphthalein (CT) vào 20 ml chế phẩm. Dung dịch phải không màu. Thêm 1,0 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CD), dung dịch phải có màu hồng.

2.4. Độ trong và màu sắc của dung dịch:

Tiến hành thử theo ĐĐVN V, phụ lục 9.2 - “Xác định độ trong của dung dịch” và ĐĐVN V, phụ lục 9.3 - “Xác định màu sắc của dung dịch”, phương pháp 2. Dung dịch phải trong và không màu khi so sánh với nước cất.

Pha loãng 1,0 ml chế phẩm thành 20 ml bằng nước cất, để yên 5 phút dung dịch thu được vẫn phải trong khi so sánh với nước cất (Phụ lục 9.2 – ĐĐVN V).

2.5. Tỷ trọng tương đối: Tiến hành theo ĐĐVN V, phụ lục 6.5- “Xác định khối lượng riêng và tỷ trọng”, phương pháp dùng picnomet.

2.6. Tạp chất bay hơi: Bằng phương pháp sắc ký khí.

➤ **Điều kiện sắc ký:**

- Cột sắc ký: Cột mao quản silica gel nung chảy phủ poly[(cyanopropyl) (phenyl)] [dimethyl] siloxane, dài 30 m, đường kính trong 0,32 mm, lớp film dày 1,8 μ m.
- Khí mang: Heli, tốc độ dòng 1,0 ml/phút.
- Detector ion hoá ngọn lửa.
- Tốc độ dòng khí 보조 (N_2): 25ml/ phút.
- Thể tích tiêm mẫu: 1 μ l.
- Chương trình nhiệt độ sắc ký:

	Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Tốc độ gia nhiệt (°C/phút)	Ghi chú
Cột sắc ký	0 – 12	35		đẳng nhiệt
	12 – 20,75	35 → 70	4	tăng tuyến tính
	20,75 – 37,75	70 → 240	10	tăng tuyến tính
	37,75 – 47,75	240		đẳng nhiệt
Bộ tiêm mẫu		200		
Detector		280		

CTY TNHH MTV DƯỢC PHẨM OPC BÌNH DƯƠNG 	TIÊU CHUẨN CƠ SỞ THÀNH PHẨM	Trang : 4/5 Số : ES.F.MF17.2 (CYT) Ngày hiệu lực: 05/06/2024 Thay thế số : ES.F.MF07.4 ; ES.F.MF17.1
ETHANOL 99,5% (v/v)		

➤ **Các dung dịch:**

- *Dung dịch thử:* Hòa tan 100 µl 4-methylpentan-2-ol (TT) vào 500,0 ml chế phẩm.
- *Dung dịch đối chiếu (1):* Pha loãng 100 µl methanol khan (TT) thành 50,0 ml bằng chế phẩm. Pha loãng 5,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml bằng chế phẩm.
- *Dung dịch đối chiếu (2):* Pha loãng 100 µl benzen (TT) thành 100 ml bằng chế phẩm. Pha loãng 100 µl dung dịch thu được thành 50,0 ml bằng chế phẩm.

➤ **Tiến hành:**

Tiến hành sắc ký theo điều kiện sắc ký trên và cài đặt phương pháp chia dòng khi tiêm các dung dịch được mô tả như sau:

Phương pháp	Mode	Split Ratio / Purge Flow to Split Vent		Dung dịch thực hiện
Chia dòng	Split	20,0 : 1	30,0 ml/min	Dung dịch thử
				Đối chiếu 1
				Đối chiếu 2

➤ **Tính kết quả:**

❖ **Methanol:**

Diện tích của pic methanol trong sắc ký đồ của dung dịch thử: không được quá 0,5 lần diện tích pic tương ứng trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu 1 (200 phần triệu, tt/tt).

Tính hàm lượng methanol (ppm) theo công thức sau:

$$\frac{200 \times M_E}{M_T - M_E}$$

Trong đó:

M_E là diện tích pic methanol trong sắc ký đồ của dung dịch thử.

M_T là diện tích pic methanol trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu 1.

❖ **Benzen:** Tính hàm lượng benzen (ppm) theo công thức sau :

$$\frac{2B_E}{B_I - B_E}$$

CTY TNHH MTV DƯỢC PHẨM OPC BÌNH DƯƠNG 	TIÊU CHUẨN CƠ SỞ THÀNH PHẨM	Trang : 5/5 Số : ES.F.MF17.2 (CYT) Ngày hiệu lực: 05/06/2024 Thay thế số : ES.F.MF07.4 ; ES.F.MF17.1
ETHANOL 99,5% (v/v)		

Trong đó :

B_E : Diện tích pic benzen trong sắc ký đồ của dung dịch thử.

B_T : Diện tích pic benzen trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu 2.

❖ Tổng các tạp chất bay hơi khác:

Trong sắc ký đồ của dung dịch thử: diện tích của các pic bất kỳ nào cũng không được lớn hơn ba lần diện tích pic của 4-methylpentan-2-ol và tổng diện tích pic của các tạp chất khác không được lớn hơn năm lần diện tích pic của 4-methylpentan-2-ol. Bỏ qua các pic có diện tích nhỏ hơn 0,03 lần diện tích pic của 4-methylpentan-2-ol.

2.7. Cẩn còn lại sau khi bay hơi: Lấy 100 ml chế phẩm làm bay hơi trên cách thủy đến khô, sấy cẩn ở 100 - 105 °C đến khối lượng không đổi. Cẩn còn lại không được quá 2,5 mg.

2.8. Định lượng: Từ kết quả tỷ trọng tương đối trong mục 2.5, tỷ trọng biểu kiến của chế phẩm được tính theo công thức sau:

$$\text{Tỷ trọng biểu kiến} = 997,2 \times d_{20}^{20}$$

Trong đó:

d_{20}^{20} : Tỷ trọng tương đối của mẫu thử

997,2 : khối lượng cân trong không khí của 1 m³ nước, tính bằng kg.

Xác định hàm lượng ethanol (% , tt/tt) hoặc (% , kl/kl) bằng cách tra bảng độ cồn theo DDVN V, phụ lục 19 – “Bảng liên hệ giữa phần trăm ethanol theo thể tích, phần trăm ethanol theo khối lượng, khối lượng riêng của hỗn hợp ethanol và nước”.

3. BẢO QUẢN

Bảo quản trong vật chứa kín, ở nhiệt độ dưới 35 °C, tránh ẩm, tránh xa lửa.

4. LẤY MẪU

Lấy mẫu theo Quy trình thao tác chuẩn hiện hành.

Lượng mẫu lấy kiểm: 1 chai 1 lít.

Mẫu được chứa trong chai nhựa PP/HDPE hoặc thủy tinh, có nắp vặn kín.

5. TÀI LIỆU THAM KHẢO

Dược điển Việt Nam V tập 1, chuyên luận “Ethanol”.